Searching PAJ Page 1 of 2



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

(43) Date of publication of application: 23.07.1984

(51)Int.CI.

B29D 7/24 B29D 7/24

(21)Application number : **58-000448** 

(71)Applicant: TORAY IND INC

(22) Date of filing:

07.01.1983

(72)Inventor: TANAKA KAZUHIRO

KAWAKAMI KENICHI

YOSHII TOSHIYA

## (54) BIAXIALLY ORIENTATED POLYETHYLENE-NAPHTHALATE FILM

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the titled film that is free from aniostropy and has excellent mechanical property and dimension stability, by making a film have an F-5 value, a Young's modulus, a double refraction index, a coefficient of thermal expansion, a coefficient of expansion due to humidity, and a coefficient of non- crysstalline orientation in the respective specified ranges.

CONSTITUTION: The present film is a biaxially orientated film of a polyethylene naphthalate that has, in every direction in the plane of the film, an F-5 value of 22W35kg/mm2, a Young's modulus of 650W1,100kg/mm2, and a coefficient of thermal expansion of 25W35%. The in-plane deviation of each of these physical values, and the values of the coefficient of thermal expansion and the efficient of expansion due to humidity of the film is 20% or below, and the film should have a birefringent index of 0.02 or below and a non-crystalline orientation of -0.2W0.2. The film is less anisotropic and has excellent mechanical properties and good dimension stability, and is useful as a base film for forming a magnetic recording mediun in particular a ferromagnetic metal thin film.

#### **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

THIS PAGE BLANK (USPTO)

[Patent number]
[Date of registration]
[Number of appeal against examiner's decision of rejection]
[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]
[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

THIS PAGE BLANK (USPTO)

#### (19) 日本国特許庁 (JP)

① 特許出願公開

### ⑩ 公開特許公報(A)

昭59—127730

DInt. Cl.3 B 29 D 7/24 識別記号 104 BCW

庁内整理番号 6653-4 F 6653-4F

砂公開 昭和59年(1984)7月23日

発明の数 1 審査請求 未請求

(全 7 頁)

602軸配向ポリエチレンナフタレートフィルム

(2)特

昭58-448

②出

昭58(1983)1月7日 願

⑦発 明

田中一博

大津市園山1丁目1番1号東レ 株式会社滋賀事業場内

70発明者 河上憲市

大津市園山1丁目1番1号東レ 株式会社滋賀事業場内

明 吉井俊哉

> 大津市園山1丁目1番1号東レ 株式会社滋賀事業場内

人 東レ株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目

2 番地

細

発明の名称

2 軸配向ポリエチレンナフタレートフイルム

2. 特許請求の範囲

ポリエチレンナフクレートを主体とする2 軸配向フィルムであづて、 該フィルムは、 面内の あらゆる方向において.

- F-5值が22~35kg/mm.
- ヤング率が 650~1100kg/mm',
- 44 熱収縮率が2.5~3.5%,

の各範囲にあり、かつ該(4)、(中)、(4)項の各物性値 と,フイルムの熱膨張係数および復度膨張係数の 各値は、何れも面内偏差が20%以下であり、か つフィルムは、 被屈折が 0.02以下、非晶配向係 数が -0.2~0.2の範囲にあるととを特徴とする 2 他配向ポリエチレンナフタレートフイルム。

発明の詳細な説明

本発明は異方性が少なく、かつ優れた機械的性 質と良好な寸法安定性を有する2軸配向ポリエチ レンナフタレートマイルムは関するものである。

- 磁気記録材料、たとえば、磁気記録テープまた は磁気記録ディスクは、ベースフィルムの表面に 磁性粒子をパインダーとともに塗布するか、磁性 金属を真空蒸着。スパツタリング。メッキなどの 方法によつて固着するなどして。磁性層を積層し てたつているが、かかる磁気記録材料は、記録再 生時などで瞬間的に相当大きい引張り力が加わつ ても記録に歪が生じないように機械的強度が大き いことと、蒸着時の熱や記録再生時の不測の熱で の寸法変化をきたさないように耐然寸法安定性が 要求される。機械的強度については、最近,磁気 記録材料のパンケージを小型化にする要請や、艮 時間記録化のために薄膜化する要請のため、高引 **張強度・高ャング率の要求に拍車がかかつている。** さらにまた、 高密度化配録の要請に伴ない、 記録 材料物性(5m伸長時の引張強度、ヤング率、熱 収縮率など)の面内での等方性が重視さればじめ ている。面内等方性に欠ける、すなわち、面内異 方性の強い記録材料は、ツイストしたり、熱歪み が生じたり、強靭性が悪かつたりして、高密度記

特別昭59-127730(2)

録再生に不過となり、たとえば、再生時に顕像の乱れや音質の現化となる。

- (I) 透次二軸延伸製膜法で得られたフィルムは 機械的強度が不足し、かつ面内等方性に欠け る。
- (2) 同時2軸延伸が1回なされたフイルムは、 面内等方性は良いものの、機械的強度が不足 する。
- (3) 同時2軸延伸して、次いでヨコ方向に延伸したフィルムは、ヨコ方向の機械的強度は大

本発明のポリエナレートをはまれた。 エチレン・タートをである。 カファットートをでは、カファット・トゥックでは、カファット・トゥックでは、カファット・トゥックでは、カファット・トゥックでは、カンカンカックでは、カンカンのでは、カンのでは、カンのでは、カンのでは、カンのでは、カンのでは、カンのでは、カンのでは、カンのでは、カンのでは、カンのでは、カンのでは、カンのでは、カンのでは、カンのでは、カンのでは、カンのでは、カ

また、本発明のポリエチレンナフタレートフイルムは、 2 軸配向フイルムで下記(1)項~(1)項の物性値と構造値を有するものである。

(1) フィルム面内のあらゆる方向において、55 仲長時の引張強度(サート 5 値 かんり)が

きくなるものの、クテ万向の機械的強度が不 足し、異方性を有したものである。

本発明の目的は、上記欠点を解消せしめ、異方性が少なく、かつ後れた破壊的強度と耐熱寸法安定性を有するポリエチレンナフタレートフィルムを提供せんとするものである。

本発明は、上記目的を達成するため、次の構成すなわち、ボリエチレンナフタレートを主体とする 2 軸配向フイルムであつて、軽フイルムは、前内のあらゆる方向において、

- (イ) ドーラ値が22~35 kg/mm<sup>2</sup>。
- (ロ) ヤング率が650~1100kg/mi,
- (イ) 熱収縮率が 2.5~3.5 %。
  の各範囲にあり、かつ該何の各物性値と、フイルムの無態設係数かよび湿皮膨設係数の名値は、例れも前内偏差が 2.0 %以下であり、かつフィルムは、復屈折が 0.0 2以下、非晶配向係数が -0.2~0.2 の範囲にあることを特徴とする 2 軸配向ボリエチレンナフタレートフィルムを特徴とするものである。

22~35 kg/mm<sup>1</sup>,好ましくは25~35 kg/mm<sup>1</sup>,でなければならない。22 kg/mm<sup>1</sup>,好ましくは25 kg/mm<sup>1</sup>、好ましくは25 kg/mm<sup>1</sup>、より小さいと磁気記録材料ベースとしての強靭さ、外力に対する寸法安定性が悪く、正確さを要求される磁気記録材料としては不適である。一方、35 kg/mm<sup>2</sup>より大きいと、製膜時の平面性が悪化するなど、製膜時の生産性が悪化する。

- (ロ) フィルム面内のあらゆる方向において、ヤング率が650~1100kg/m²、好ましくは100kg/m²、好ましくは100kg/m²、好ましくは100kg/m²より小さいと、外力に対する寸法安定性が悪く、高精度磁気記録材料ベースとして不適である。一方、1100kg/m²より大きいと、製腹時の平面性が悪化するなど、製膜時の生産性が悪化する。
- () フィルム面内のあらゆる方向において、 150℃における熱収縮準が25~35%、好せ しくは、25~33%でなければならない。熱収 縮率が35%、好せしくは33%より大きいと熱 に対する寸法安定性の点で、純精度磁気記録材料

特別昭59-127730(3)

ベースとしては不適当なものになる。熱収縮率は 小さければ小さいほど寸法安定性の点で望ましい。 通常、ドー5値やヤング率を上記本発明の範囲に しようとしても無収縮率が大きくなつでしまうも のである。本発明では下限値2.5 まが優限である。

(日)・フィルム面内のあらゆる方向において、Fーち値、ヤング率、熱収縮率、熱膨張係数、湿度膨張係数のいずれもが、前内偏差20%以内、好ましくは、10%以内でなければならない。ここで言う前内偏差とは、面内における最大値である。これらの面内偏差のである。これらの面内偏差のいずれかでもが20%、好ましくは10%より大きいと、而内等方性を要求される高稽度磁気記録材料ベースとしては不適当なものになる。

紛 フィルム面内において、被底折が 0.0 2 、好ま しくは 0.0 1 以内でなければならない。 0.02 好ま しくは 0.0 1 より大きいと、異方性が大きくて高額 庭磁気記録材料ペースとしては不適当なものとなる。

ゆえ、代表値として、角度(θ)が 0°(タテ方向)。 45°、90°(ヨコ方向)の時の物性値を用いること にする。以下、図面に基づいて説明する。

第1 図において、1 は、従来のフィルム、2 は 本発明のフィルムの名ドー 5 値の角度分布 パター (TD) ンをモデルで示したものである。1 はヨコ方向とタテ方向の値が違い、かつ、45°方向にくびれた 異方性が大きい典型例であり、また、2 は 異方性が 悠めて少ない典型例であり、しかもドー 5 値の 絶対値が1 より格段に高くなつている。

をお、 笹光法による平行成分の 偏光祭 光強 近(1) の 角度分布を 測定すると、 異が性の 大き いっぱん なっぱい 45°方向にくびれる (第1 図、 1) ととが多く、まれには 45°方向に ふくらむ。 本発明では下式(1)で示される。 45°方向 偏光祭光強度の比率 R (45°)が、0.7~1.3、 好ましくは 0.8~1.2 さらに好ましくは 0.9~1.1 の範囲に設定するのが 等方性の点で望ましい。

(\*) フィルム面内において、数光法による平行成分の偏光磁光強度から求める非晶配向係数(P)が、-0.2~0.2、好ましくは -0.1~0.1 でなければならない。-0.2、好ましくは -0.1よりかさいと、ヨコ方向に分子配向が進みすぎており、一方、0.2、好ましくは 0.1より大きいとタテガに分子配向が進みすぎており、いずれも異方性が大きすぎて、高精度磁気記録材料ベースとしては不適当なものになる。

本発明で言う「異方性の少ないフィルム」とは、物性値(ドー 5 値、ヤング率、熱収報率、熱彫張係数、湿度彫張係数)と構造値(復屈折、非晶配向係数)が、単にタテ方向とヨコ方向に同レベルということではなく、ソイルム面内の全ゆる方向で同レベルとのを意味する。すなわち、フィルム面内で角度分布測定(通常は 5 をにの名物性値とることである。

通常、各物性は、円形グラン上で点対称となる

ただし.

I(0°) : タテ方向の偏光祭光強度

I (90°): タテ方向に対し 90°回転した方向

の偏光な光強度

I(45°): タテ方向に対し 45°回転した方向 の偏光整光強度

次に本発明のポリエチレンナフタレートフィルムの製造方法について説明する。ただし製造方法は、これに限定されるものではない。

(a) 300~310℃で溶飲押出し、急冷した 後の、実質的に無配向のポリエチレンナフクレートの未延伸シートを130℃、好ましくは140 で以上の温度で各方向3~4倍に1段目の同時2 軸延伸(タテ、ヨコ両方向に同倍率)し、さらに 140℃、好ましくは150℃以上の温度で、かつ最初の同時2軸延伸出度より高い温度で1.5~ 2.5倍2段日の同時2軸延伸する。なお上限の延

特別昭59-127730(4)

仲温度は低度170℃である。以上の延伸温度と延伸倍率範囲を外れるとフィルムは破れやすくなつたり、強度が不足したり、あるいは平前性が悪化したりして、 本発明目的に合致しなくなる。

(a), (b)のいずれかの方法でつくつた 2 軸延伸フィルムを次いで 2 0 0 乃至 2 5 0 c の範囲で熱固定することによつて十分な耐熱 寸法性を付与する。こうしてできた 2 軸配向ポリエチレンナフタレートフィルムは、厚み 5 ~ 1 0 0 4 であり面内の名

熱収縮率:オープン中で、無緊張状態、150 でに 1 時間放催して測定した。原長を $\ell$ 。. 測定した長さを $\ell$ とすると  $(\ell - \ell)/\ell$ 。] × 100 (#) で表わす。

複屈折:偏光顕微鏡にペレックコンペンセータを使用して、サンプル採取後温度 2 5 C . 相対湿度 6 5 %で測定したものである。

熱膨張係数(α):1g/5 ==幅の荷重下20 ~70℃の範囲で、2℃/分の昇温速度で伸びを 測定し、傾きから求めた。

湿度膨張係数(β):10㎜揺にフィルムを切り出し、恒温恒湿槽(大栄科学:FKL—50D)にセットされた定荷重伸び量試験機(日本自動制御(労)のチャック間(距離L=150㎜)にフィルムを把持し、20℃で湿度5%RHから85%RHに変化させた時の寸法変化量 Δ Lから下記(2)式を使つて求めた。

方向にほぼ等方性の物性なもち、かつ耐熱寸法安 定性の優れたものである。

本発明のフィルムは、各種の用途に用いるととができるが、好ましくは磁気記録媒体用、より好ましくは強盛性金属薄膜を形成するためのベースフィルムとして用いるのが望ましい。

以下実施例によつて本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例のみに限定されるものではない。なお実施例中のベースフィルムのドー 5 値、ヤング率、熱収縮率、被屈折、熱膨强係数、機度膨强係数、非晶配向係数はそれぞれ次の測定法によつて求めた。

ドー 5 値: チャック間接100mm. フイルム幅10mの短冊型の試料を引張速度20mm/min. 温度25℃で引張試験機により5 多伸長した時の応力で示される値である。

ヤング率: チャック間長100mm, フイルム幅10mの短冊型の試料を引張速度20mm/min. 温度25cにて測定した引張初期弾性率のことである。

ただし、

L = 150 mm

4 H = 85-5=80 %RII

非品配向保数:フィルムサンブルを、然光剂
"Mikephor BTN"(三井東圧化学製)を含む
水浴中に55℃で設置、風乾し、このサンブル
を日本分光製『CM-1偏光整光強度を求め、
下記(3)式の定義に従つて非品配向保数『を求める。

ただし、

F:非晶配向係数

I(0°) : タテ方向の 偏光 弦光強度 I(90°): ョコ方向の 偏光 弦光強度

实施例1~5

常法により得られたポリエチレンー2. 6ーナフタレート (チンプIV 0.65) からなる未延伸シートを、まず温度140cで1段目の河時2 勉延伸した。延伸倍率(タテ×ョコ)は3.0×3.0

特份昭59-127738(5)

倍である。 次いでそのフィルムを 1 6 0 ~ 1 6 5 ℃で 2 段目の同時 2 咄延伸を行なつた。 延伸倍率は 1 8 × 1 8 倍~ 2 0 × 2 0 倍である。 さらに 温度 2 2 0 ℃で熱固定した (表 1 , 実施 例 1 ~ 3 の 方法)。

とのようにして得られたポリエチレンナフタレートフィルム(8μの厚み)を使用し、次のようにして磁気テープを作成した。

磁性強料は次のようにして調製し、フイルム上に途布した。途料組成は以下のとおりである。

強 磁性 合 金 粉 末	3	0	0	倍
亚 鉛 粉 末		2	5	部
セルロースアセテートブチレート		3	0	赔
エポキシ樹脂		2	5	部

また、 適質およびスタート・ストップ 特性 ( 画質の乱れを調べる)を 3 段階に 判定し、 優劣さを定性的に ②、 ○、 △ で示した。 ②は 極めて 良好、 ○はかなり良好、 △ はあまり良くないことを示すものである。

実施例のテーブはいずれも良好にをつている。 以上のように本発明の磁気テーブは、ヘッド当 たりに優れ、機械的強度、熱的寸法安定性を有し、 安定した走行性と良好な電磁変換特性を維持する シリコーン油(滑剤)4 部レンチン(分散剤)5 部トルエン(溶剤)2 0 0 部メチルエチルケトン(溶剤)2 0 0 部酢酸エチル(溶剤)1 0 0 部

上記組成物をボールミルで十分混練した後、ボリイソシアネート化合物を180部加え、30分間操拌混合した後、8μのボリエチレスナフタレートの片面に磁場を印加しつつ乾燥厚みが3μになるようにフィルムに塗布し、乾燥した。しかる後、硬化処理、鏡面処理をした後、1/2インチ幅にスリットし所定のビデオテープを得た。

こうして得られたペースフィルムおよび磁気テープを評価した結果を表1 に示す。ここで磁気テープでの5 を伸び荷重とは、ペースフィルムに磁性剤を盗布した収みでの荷重を比较して評価した。荷重が大きいほど良い。要1 の中で◎は極めて良好、○はかなり良好、△はあまり良くないことを示す。本発明にむいてFー5 値の高いものは、各種磁気テープ特性が良好であることがわかる。

もので磁気配録材料として好適であつた。 比較例1~5

従来公知の方法で製造したポリエテレンナフタ レートフィルムの代表例とその磁気テープ特性を 表1に比較例として示す。

表 1 一 (i)

					~:		a.	7	1 n		<u></u>		
			P —	5 値			ヤン	, ,	华	,	热 収	和	率
	製膜方法		g/mm')		面小個美	(	Kg∕om'	)	面内偏差		(%)		面內偏差
		በ( ቃታ)	45	90°( ∃⊃)	( 56 )	0°	45°	90°	(%)	o°	45"	90°	( % )
実施例1	问时—间時	3 0.0	2 9. 7	29.8	1	881	900	936	6	3.3	3.2	3. 2	3
* ?	•	2 2.2	2 3.5	2 3.9	7	660	670	700	6	2.8	2.9	2.9	3
* 5	•	2 6.4	2 6.5	2 6.6	1	740	720	721	3	3.1	3.1	5.0	3
. 4	<b>逐次一回時</b>	2 3.7	2 4.0	2 4.0	1	6 5 <b>5</b>	660	670	2	3. 0	3.0	3.0	0
• 5		260	2 6.4	2 6.8	3	7 3 5	740	250	2	3. 2	3.1	3.1	3
比較例1	同 0.4	1.5.5	1 5.5	1 5.7	1	450	460	475	5	2.2	2.1	2.1	5
. 2	•	1 8.1	1 8.8	19.6	7	545	550	555	2	5. g	3. p	3.1	3
• 3	建次	2 2.1	1 8.g	16.8	2 4	680	530	505	25	2.9	24	2.2	24
- 4	•	2 5.9	18.3	1 5.0	42	745	5 6 0	470	36	2.9	2.5	2.1	27
5		1 3.3	18.2	29.8	5.5	385	510	980	6.0	1.8	2.8	3.5	48

表 1 - (2)

		~ ~			2	1	n	4			
被屈折		<b>盆光法</b> 御	熱膨緩係数			数	湿度膨强係数				
		非晶配向係数	R	a(x10 6/c)			而內偏差	β (×10 4RH)			而内偶差
		Р		o°	45°	90°	(%)	o°	45°	90°	(%)
実施例1 ·	0.000	0.02	0.99	8.7	8.5	<b>a</b> . 6	2	6.2	6.1	6.0	3
<b>,</b> 2	0.005	— O. o 5	1. 0 2	1 0.4	1 0.3	1 0.0	4	6.4	6.3	6.1	5
• 3	0.000	0.01	0.99	9.5	9. 1	9.2	4	6.2	6.2	6.2	٥
- 4	0.000	0. 0 1	1. 0 1	1 0.5	1 0.6	1 0.7	2	6.5	6.4	6.4	2
• 5	0.005	0. 0 2	1. U O	9.6	9.5	9.9	4	6.2	6.1	6. ე	3
比较例1	N. D. 2 1	0. 2 1	0. 9 7	1 4.3	1 5.3	1 5.6	8	7. 2	7. 2	7. 3	2
. 2	0.015	0.17	0.99	1 2.1	1 2.3	1 2.5	3	6.7	6.7	6.6	2
. 3	0.045	0.25	0.89	107	1 1.7	1 3.2	11	6.4	6.9	6.9	7
. 4	0.056	0.40	0.78	9.5	1 2.5	1 5.5	39	6.2	6.7	7.2	1 5
. 5	0.092	0.57	0.64	1 6.3	1 2.1	8.1	5 0	7.7	6.9	6.0	2 2

表 1 - (3)

	. 633	気 デ	<b>ー</b> ブ		
	5季仰亞荷廉	ヘット当り	西俊	スタート・ ストップ 特 性	
実施例1	(©)	А	0	0	
<b>.</b> 2	0	A	0	0	
. 3	0	. Λ	0	0	
. 1	9	Α.	0	0	
≠ 5 °	0	A	0	0	
比較例1	۵	c	0	_	
, 2	_	В	0	0	
# 3	_	В	0	0	
. 4	۵.	С	0	0	
<b>.</b> 5	_	В	^	Δ.	

# 特別昭59-127730(ア)

4. 図面の簡単な説明・

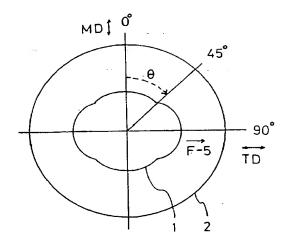
第1図は、従来のフィルムと不発明のフィルム の面内各方向のドー5値を示したものである。

1:従来のフイルムの特性曲線

2:本発明のフィルムの特性曲線

м D : フイルムの擬方向 T D : フイルムの横方向 d : フイルム面内の角度

特許出願人 東 レ 株 弐 会 社



第1图

THIS PAGE BLANK (USPTO)